

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 52-147511

(43)Date of publication of application : 08.12.1977

(51)Int.Cl. C22C 27/02
C22C 14/00
C22F 1/18

(21)Application number : 51-064216

(71)Applicant : FURUKAWA ELECTRIC CO LTD:THE

(22)Date of filing : 02.06.1976

(72)Inventor : SUZUKI TAKUYA
NAKAYAMA SHINJI
MEGURO SHINICHIRO
SHINOZAKI TAKASHI
KOMATSU TAKAO
NAGASU YOSHINORI

(54) ANTICORROSIVE HIGH STRENGTH NEOBIUM ALLOY AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PURPOSE: To produce anticorrosive Nb alloy, having good cold workability and high strength, by regulating contained gas amount of Nb-Ti alloy.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japanese Patent Office

⑨日本国特許庁
公開特許公報

⑩特許出願公開
昭52—147511

⑪Int. Cl. ³ C 22 C 27/02 C 22 C 14/00 C 22 F 1/18	識別記号 C B X	⑫日本分類 10 F 24 10 E 14 10 S 3	庁内整理番号 7047—42 7047—42 6339—42	⑬公開 昭和52年(1977)12月8日 発明の数 2 審査請求 未請求 (全 4 頁)
---	---------------	---------------------------------------	---	---

⑭耐食性強力ニオブ合金およびその製造方法

⑮特 願 昭51—64216

⑯出 願 昭51(1976)6月2日

⑰発 明 者 鈴木卓哉

日光市清滝町500番地 古河電
気工業株式会社日光研究所内

同 中山信二

日光市清滝町500番地 古河電
気工業株式会社日光研究所内

同 目黒信一郎

日光市清滝町500番地 古河電
気工業株式会社日光研究所内

⑱発 明 者 篠崎孝

日光市清滝町500番地 古河電
気工業株式会社日光研究所内

同 小松隆夫

日光市清滝町500番地 古河電
気工業株式会社日光研究所内

同 長洲義則

日光市清滝町500番地 古河電
気工業株式会社日光研究所内

⑲出 願 人 古河電気工業株式会社
東京都千代田区丸の内2丁目6
番1号

⑳代 理 人 弁理士 鈴江武彦 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

耐食性強力ニオブ合金

およびその製造方法

2. 特許請求の範囲

1. チタン10～85重量％、炭素0.2重量％以下、酸素0.13～0.35重量％、窒素0.1重量％以下、残部ニオブからなる耐食性強力ニオブ合金。

2. チタン10～85重量％、炭素0.2重量％以下、酸素0.13～0.35重量％、窒素0.1重量％以下、残部ニオブからなる合金を溶解鍛造した後、この鍛塊を700～900℃で熱間鍛造し、次いで常温まで冷却のニオブ・チタン合金を固溶状態で持ち来たした後、これを冷間加工して所望形状となし、しかる後これを250～400℃で1～120時間加熱して時効処理することを特徴とする耐食性強力ニオブ合金の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は常温において酸に対する耐食性および加工性に優れしかも強度の大きい耐食性強力ニオブ合金と、その製造方法に関するものである。

従来耐食性の金属としてはその使用環境に応じて種々のものが使用されている。一般的に金属元素の耐食性を比較するとタンタル>ニオブ>ジルコニウム>チタンの順に変わることができるが、タンタルの価格はニオブに比べて約2倍と極めて高価である上、その密度もほぼ2倍と大きいため一般に耐食材料として使用されていない。一方ニオブはタンタルに次いで優れた耐食性を有し、例えばジルコニウムに比較した場合塩化第2鉄、塩化第2銅に対して優れた耐食性を有すると共に、チタンに比較して硫酸、塩酸、ヤ酸などの酸に対しても優れた耐食性を有する元素である。このためニオブは有効な耐食材料として注目されつつあるが、ニオブ単体ではその機械的強度が乏しいため、耐食材料の用途としては限られたものであつた。

本発明はかかる点に鑑み種々研究を行なつた結果ニオブ-チタン合金の含有ガス量を調整することにより、耐食性および冷間加工性に優れ、しかも強度の大きい耐食性強力ニオブ合金とその製造方法を開発したものである。

即ち本発明はチタン1.0～8.5重量％、炭素0.2重量％以下、酸素0.13～0.35重量％、窒素0.1重量％以下、残部ニオブからなる耐食性強力ニオブ合金を第1の要旨とするものである。更に本発明は上記合金を溶解精製した後、この精塊を700～900℃で熱間鍛造し、次いで常温までβ型のニオブ-チタン合金を固溶状態で持ち来たした後、これを冷間加工して所望形状となし、しかる後これを250～400℃で1～120時間加熱して時効処理することと特徴とする耐食性強力ニオブ合金の製造方法を第2の要旨とするものである。

以下本発明を詳細に説明する。

本発明合金は表面保護皮膜により耐食性を向上したものではなく合金自体による耐食性を向

くなるからである。なお炭素の望ましい範囲としては0.01～0.10％である。また酸素が0.13％未満であると合金の強度が不十分でありまた0.35％を越えると加工性が低下するからである。また窒素も同様に0.1％を越えると加工性が低下する。なお窒素の望ましい範囲としては0.01～0.05％である。

次に本発明合金の製造方法について説明する。

本発明合金の溶解は真空中又は不活性ガス中で溶解することが望ましく、特に真空消耗アーク溶解炉或は真空プラズマアーク溶解炉中で溶解することが望ましい。また合金成分の調整方法としては特に限定されるものではないが、例えば原材料の組成から調整する方法、或は溶湯中にガスを吹込んで調整する方法などがある。前者の原材料から調整する方法としては例えばスポンジチタンのJISで定められた1種、2種など予め酸素含有量が既知の材料、或はニオブ中にその精製過程で含まれる炭素、酸素、窒素を予め測定しておいたニオブ原材料、又は酸化

上せしめたものである。本発明合金における合金元素の添加理由と限定理由について説明すると、先ずチタンは本発明合金の耐食性と強度とを向上させる作用をなす金属元素であり、更に炭素、酸素、窒素は本発明合金の強度を向上させるものである。

上記の如く耐食性に優れたニオブ中にチタンを主成分として添加すると、チタンの固溶状態においては極めて優れた冷間加工性を示し、強加工および時効処理によりニオブ-チタン固溶体から稠密六方構造のα相、又はαチタン脱子をマトリックス中に析出させると共に、更に炭素、酸素、窒素の含有量を調整することによりこの効果を促進させて大きな強度を得ることができるものである。

なお本発明合金において合金元素の含有量を上記範囲に限定した理由はチタンが1.0％（以下は重量％）未満では十分な強度が得られず、また8.5％を越えると耐食性が低下するからである。また炭素は0.2％を越えると加工性が悪

ニオブ、炭素粉などを調整し予め組成を求め、これらを適宜配合して溶解し、所望成分の合金を得る方法である。また後者のガスで調整する方法としては溶湯中に酸素ガス、窒素ガス、一酸化炭素ガスなどの混合ガスを吹込んで所望成分の合金を製造する方法である。

次に上記の如く精製した合金を精製して精塊とした後、これを700～900℃で熱間鍛造して所定の形状とし、次いでこの精塊中に固溶するチタンを体心立方構造をなすβ型の合金として常温まで持ち来す。なお熱間鍛造する温度を上記範囲に限定した理由は、この温度範囲でβ型のニオブ-チタン合金が安定に存在する温度域であり、これより高温では酸素が激しいからである。またβ型の合金を常温まで持ち来す方法としては例えばチタン含有量の少ない合金の場合には水鏡入れの必要があるが、チタンの含有量が多い場合には空冷で十分である。このようにβ型のニオブ-チタン合金を固溶した鍛造材は極めて加工性に富み中間焼鈍を行なうこ

となしに99.99%以上の加工率で圧延、鍛造などの冷間加工を行なうことができる。このようにして所望の形状に冷間加工したニオブ合金材料は強加工を施すことにより十分な強度を有するが、更に250～400℃で1～120時間加熱して時効硬化処理を行なうことにより、稠密六方構造をなすチタンを析出させ、更に強度の大きな材料を得ることがあるものである。なお時効硬化処理条件を上記範囲に限定した理由はその下限値未満では十分な強度が得られず、また上限値を越えるとチタンが再固溶して強度が低下するからである。

以下本発明の実施例について説明する。

先ずニオブとスポンジチタン及び酸化ニオブ、炭素粉末を夫々所定の割合になるように配合して消耗アーク溶融炉で溶解し、注湯の直前に窒素ガスを吹込んでこれを鍛造する。次にこの鍛造を850℃で熱間鍛造した後、この鍛造材を空冷する。次にこの鍛造材を外削して外径40mmの円柱状となした後、外径20mmまで冷

間で溝ロール圧延し、しかる後スエーピングマシーンで外径4mmまで鍛造してボルトナット用素材(底1～底6)を製造した。

このようにして得られた素材の耐食性を調べるため、18%塩酸中に1500時間浸漬した場合、及び30%硫酸に1500時間浸漬した場合の夫々の場合についてその重量減の割合を求めた。またこの素材の強度を調べるため引張り試験を行なった。これらの測定結果は第2表に示す通りである。

更にこの冷間加工したままの素材を250℃で120時間、350℃で5時間、および450℃で1時間、時効硬化処理した場合の夫々について同様に引張り強さを求めその結果を第2表に示す。

次に本発明合金と比較するため、第1表に併記する組成の比較合金(底7～底11)についても同様の溶解方法により真空溶解、鍛造、鍛造した後、冷間加工して外径4mmの素材を製造した。なお冷間加工において底7、底8の

素材は加工性が良く中間鍛造を必要としなかったが底9、底10の素材は75%以上の冷間加工で割れが生ずるため70%の加工率に850℃で1時間真空鍛造を行なった。また底11の素材は90%以上の冷間加工で小さな割れが発生するため、85～88%の加工率に800℃で1時間真空鍛造を行なった。

上記の如き方法により製造された素材について上記実施例と同様に耐食性および引張り強さを求めその結果を第2表に併記する。

また底7～底8の素材を更に上記実施例と同様に時効処理を行ない、その時効処理後の引張り強さを測定してその結果を第2表に併記した。

表 2

		合金組成 (重量%)									
		Ti	C	O	N	Fe	Al	Zr	Nb	底	底
底1	40	0.18	0.30	0.05	—	—	—	—	—	—	—
底2	50	0.15	0.28	0.02	—	—	—	—	—	—	—
底3	60	0.15	0.16	0.02	—	—	—	—	—	—	—
底4	70	0.17	0.18	0.03	—	—	—	—	—	—	—
底5	75	0.14	0.15	0.03	—	—	—	—	—	—	—
底6	20	0.13	0.29	0.05	—	—	—	—	—	—	—
底7	50	0.01	0.07	0.01	—	—	—	—	—	—	—
底8	50	0.01	0.08	0.01	10	—	—	—	—	—	—
底9	50	0.01	0.07	0.02	—	5	—	—	—	—	—
底10	60	0.25	0.40	0.12	—	—	—	—	—	—	—
底11	90	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
本発明合金		比較合金									

P 11.45 12.59

材 質	耐 食 性 (×10 ⁻³)	引 張 強 度 (kg/cm ²)	
		冷 間	時 効 処 理 材
		加工材	250℃ 350℃ 450℃
底 1	2	110	120 130 (120)
底 2	3	135	140 180 (130)
底 3	4	145	190 140 (100)
底 4	20	160	200 190 130
底 5	40	180	220 210 150
底 6	1	85	90 100 95
底 7	3	68	100 120 (90)
底 8	1	70	
底 9	2	110	
底 10	4	160	
底 11		140	
本 発 明 合 金			
比 較 合 金			

であつた。

以上の説明した如く本発明によればニオブ-チタン合金中の炭素及び含有ガス量を調整することにより極めて耐食性に優れていると共に中間焼鈍なしに99.99%以上の冷間加工率を得られ、しかも時効硬化処理することにより大きな強度を得ることができると、耐食性に優れた構造用材料として顕著な効果を有するものである。

出願人代理人 弁理士 鈴 江 武 彦

特開昭52-147511(4)

上記の結果から明らかな如く本発明合金は中間焼鈍を必要とせず99.99%以上の冷間加工率を得ることができると共に、時効処理なしで~~180~~180 kg/cm²程度の引張強さを得ることができ、更に時効処理を行なうことにより~~220~~220 kg/cm²程度の引張り強さを得ることができる。また本発明合金は18%塩酸、および30%硫酸に浸漬した場合にもその重量減少率は60×10⁻²%以下と優れた耐食性を有することが確認された。

また底7の炭素、酸素、窒素の含有量の少ない比較合金は引張強さが小さく、またニオブと原子径のほぼ等しいタンタルを含む底8の材料も合金化による引張り強さの向上は認められなかつた。またニオブに比べて原子径の大きいジルコニウムを含んだ底9の材料、および規定範囲以上の炭素、酸素、窒素を含有する底10の材料は共に加工性が悪く中間焼鈍を必要とした。更に底11のニオブ-チタン合金は著しく耐食性が劣り、耐食材料としては使用不可能なものであつた。